

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-071497

(43)Date of publication of application : 18.03.1997

(51)Int.Cl.

C30B 28/06  
 C30B 29/06  
 H01L 31/04  
 // H01L 21/208

(21)Application number : 07-228401

(71)Applicant : SHARP CORP

(22)Date of filing : 05.09.1995

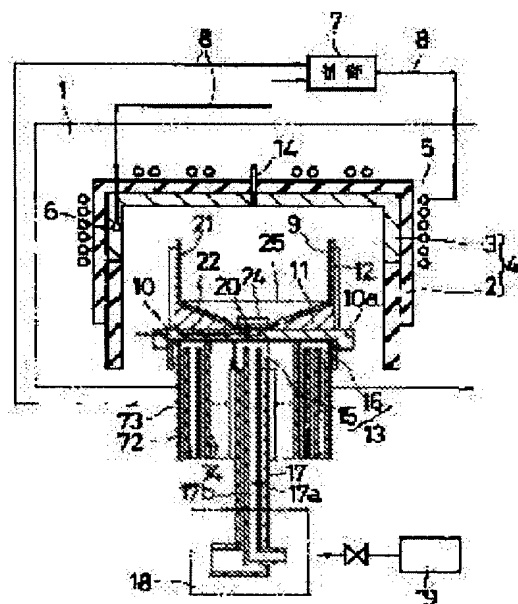
(72)Inventor : YAMAZAKI MOTOHARU  
 OKUNO TETSUHIRO

## (54) PRODUCTION OF POLYCRYSTAL SEMICONDUCTOR

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To produce a polycrystal semiconductor having large crystal particles.

**SOLUTION:** A seed crystal 24 is arranged on the bottom of a conical part 22 of a crucible 9 and a semiconductor material is inserted into the crucible 9. The crucible 9 is heated by a heating furnace 4 to melt only the semiconductor material. Though the crucible 9 is cooled by a pedestal 13, the circumferential part 16 of the pedestal 13 has a transmission of cooling temperature smaller than that in the central part 15, because the circumferential part 16 is brought into contact with the crucible 9 through a heat insulator 11. Water amounts fed to the central part 15 and the circumferential part 16 are controlled so that solidified interface becomes upwardly protruded shape when coagulation is started. Water amount fed to the circumferential part 16 is increased together with growth of the solidified interface and when the solidified interface attains the boundary 25, the interface is made planar form and then coagulation is advanced without changing the water amount.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

09.07.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3368113

[Date of registration]

08.11.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

## CLAIMS

## [Claim(s)]

[Claim 1] It connects with one opening edge of a cylindrical tubed part and a tubed part under an inactive ambient atmosphere to a semi-conductor. Seed crystal is arranged at the pars basilaris ossis occipitalis of the truncated-pyramidal section of a crucible which has the truncated-pyramidal section which serves as a taper as it becomes at a tip. After dissolving only a semiconductor material, without dissolving seed crystal substantially by maintaining the inferior-surface-of-tongue temperature of a pars basilaris ossis occipitalis below at the melting point of a semiconductor material, inserting in a semiconductor material in a crucible, carrying out heating fusion with a heating means, and taking heat from a crucible pars basilaris ossis occipitalis, In the manufacture approach of a polycrystal semi-conductor of making the semiconductor material which cooled and dissolved the crucible solidifying, and growing up polycrystal from seed crystal a crucible It is supported by the plinth constituted by the core corresponding to the bottom subordinate side of the truncated-pyramidal section, and the periphery which are parts other than a core when a crucible is laid, and in case heat is taken from a pars basilaris ossis occipitalis and a semiconductor material is made to solidify by the plinth concerned Cooling of a crucible is started maintaining the core and periphery of a plinth at the same cooling temperature. Control the cooling temperature of a periphery to the cooling temperature of a core, and the solidification interface which is an interface of the semiconductor material of a fusion condition and the solidified semiconductor material It is the manufacture approach of the polycrystal semi-conductor characterized by maintaining a solidification interface at a plane and making a semiconductor material solidify henceforth as cooling temperature from which a solidification interface serves as a plane in the cooling temperature of a periphery when it reaches near the boundary section which is the part of the boundary line of a tubed part and the truncated-pyramidal section and which is defined beforehand.

[Claim 2] Said crucible is the manufacture approach of the polycrystal semi-conductor according to claim 1 by which it is inserting [ it is inserted in cylindrical susceptor and / in the space between a crucible and susceptor ]-heat insulator characterized.

[Claim 3] The manufacture approach of the polycrystal semi-conductor according to claim 1 or 2 characterized by cooling a plinth, making a periphery circulate through a lot of cooling water as compared with a core, and making cooling temperature of a periphery lower than a core by making the core and periphery of said plinth circulate through cooling water, respectively.

[Claim 4] It is the manufacture approach of the polycrystal semi-conductor one publication among claims 1-3 characterized by for said semiconductor material being polish recon and a polycrystal semi-conductor being polycrystalline silicon.

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacture approach of a polycrystal semi-conductor. It is related with the manufacture approach of a polycrystal semi-conductor excellent in the crystallography target in more detail.

[0002]

[Description of the Prior Art] As the ingredient of the semi-conductor used for IC (integrated circuit) etc., or an ingredient of a solar battery, also from the field of industrial production, silicon is the ingredient which was excellent also from the field of a resource, and is used widely. Most of what is put in practical use is silicon especially as an ingredient of a solar battery. Although the thing using single crystal silicon as a solar battery for current electric power supplies is in use, in order to realize low cost, it waits for development of the solar battery using quality polycrystalline silicon.

[0003] The general approach at the time of manufacturing polycrystalline silicon is the approach of dissolving solid-state silicon within a heating furnace with a silica crucible, and casting to a graphite crucible. Recently, it dissolves in a vacuum or inert gas, mixing to silicon, such as oxygen and nitrogen gas, is prevented, and upgrading and dust prevention are measured.

[0004] For example, in a vacuum or inert gas, into mold, such as a graphite, a crucible is leaned and the silicon dissolved within the silica crucible is poured in at the semi-continuous casting furnace of German country Wacker currently indicated by JP,57-21515,B, moreover, HEM of the U.S. crystal systems company currently indicated by JP,58-54115,B — in law (HeatExchange Method), silicon was dissolved in the silica crucible in the vacuum, and it has hardened within the silica crucible as it is. Moreover, the approach using the steel plate which carried out water cooling as a silicon fusion crucible is used as an approach currently indicated by JP,62-260710,A as amelioration of said Wacker method at the Sumitomo cis- tic company.

[0005] Quality polycrystalline silicon cannot be manufactured by the approach of only casting the solid-state silicon dissolved as mentioned above to a graphite crucible, without the directivity of a crystal gathering. Therefore, seed crystal is arranged on the base of a crucible and the method of growing up a crystal along with the crystal orientation of seed crystal is used. In case seed crystal is used, it is necessary to perform temperature control so that seed crystal may not be dissolved. For example, by the HEM method mentioned above, temperature detection at the time of fusion of ingredients (sapphire, germanium, etc.) is performed by viewing and absolute-temperature measurement of a thermocouple so that seed crystal may not be dissolved. When temperature detection is performed visually, there is fluctuation for every crystal growth by the cloudiness of glass etc., and it is lacking in repeatability. Moreover, even if it is the approach of using a thermocouple, at the time of elevated-temperature use (for example, 1400 degrees C or more), aging is remarkable and this is also deficient in the absolute temperature of thermocouple original in repeatability. Consequently, melting out temperature detection of an ingredient is regarded as a near standard, and cools the end-crater pars basilaris ossis occipitalis which is passing gaseous helium etc., and he is trying not to dissolve seed crystal. However, it is not practical to manufacture a crystal using this approach very at an expensive price [ gaseous helium ] and industrially. moreover — although it is necessary to dissolve all ingredients other than seed crystal by the crystal growth approach using seed crystal — said HEM — in law, the ingredient of the seed crystal circumference may remain without dissolving, and cannot say that it is equal to the crystal orientation of seed crystal.

[0006] Moreover, recently, the pars basilaris ossis occipitalis of a crucible is covered with two or more seed crystal, and the polycrystalline silicon to which the directivity of a crystal was equal has been obtained by controlling the temperature of the pars basilaris ossis occipitalis of a crucible.

[0007] Drawing 9 is drawing for explaining how to manufacture polycrystalline silicon. In drawing 9 (1), the polish recon 62 is inserted in the crucible 61 as a semiconductor material. The crucible 61 is supported by the plinth 63. Heating fusion of the polish recon 62 is carried out with the heating object 64.

[0008] Drawing 9 (2) is a graph in a crucible 61 which shows the relation between the distance from a side attachment wall to the side attachment wall of another side, and temperature, and drawing 9 (3) is drawing showing the polish recon 62 in a crucible 61. In case polycrystalline silicon is grown up, it cools by the plinth 63 from crucible 61 pars basilaris ossis occipitalis, and the polish recon 62 is made to solidify. Here, the solidification interface 65 which is an interface of the part which has solidified the polish recon 62, and the dissolved part is made convex by controlling cooling temperature so that the temperature by the side of a periphery becomes high to the temperature of a core, as shown in drawing 9 (2). The polycrystalline silicon with which crystal orientation was equal to seed crystal can be obtained by controlling so that the solidification interface 65 becomes convex.

[0009] In addition, in case a compound semiconductor is manufactured, crystal growth may be just performed for a taper at a bottom using a slack end crater.

[0010]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] When manufacturing two or more polycrystalline silicon using a single crystal, since two or more single crystals are required, a manufacturing cost increases. Moreover, it is necessary to cover the base of a crucible with seed crystal, and takes time and effort.

[0011] The purpose of this invention is offering the approach of manufacturing a polycrystal semi-conductor with big crystal grain.

[0012]

[Means for Solving the Problem] "The bottom of an inactive ambient atmosphere" used among this specification means the bottom of the ambient atmosphere in which the inert gas with which a semiconductor material does not oxidize in a vacuum or it at the time of heating exists, and it realizes within a well-closed container. This invention receives a semi-conductor. A tubed part cylindrical under an inactive ambient atmosphere, Seed crystal is arranged at the pars basilaris ossis occipitalis of the truncated-pyramidal section of a crucible which has the truncated-pyramidal section which serves as a taper as it connects with one opening edge of a tubed part and becomes at a tip. After dissolving only a semiconductor material, without dissolving seed crystal substantially by maintaining the inferior-surface-of-tongue temperature of a pars basilaris ossis occipitalis below at the melting point of a semiconductor material, inserting in a semiconductor material in a crucible, carrying out heating fusion with a heating means, and taking heat from a crucible pars basilaris ossis occipitalis, In the manufacture approach of a polycrystal semi-conductor of making the semiconductor material which cooled and dissolved the crucible solidifying, and growing up polycrystal from seed crystal a crucible It is supported by the plinth constituted by the core corresponding to the bottom subordinate side of the truncated-pyramidal section, and the periphery which are parts other than a core when a crucible is laid, and in case heat is taken from a pars basilaris ossis occipitalis and a semiconductor material is made to solidify by the plinth concerned Cooling of a crucible is started maintaining the core and periphery of a plinth at the same cooling temperature. Control the cooling temperature of a periphery to the cooling temperature of a core, and the solidification interface which is an interface of the semiconductor material of a fusion condition and the solidified semiconductor material When it reaches near the boundary section which is the part of the boundary line of a tubed part and the truncated-pyramidal section, it is the manufacture approach of the polycrystal semi-conductor characterized by maintaining a solidification interface at a plane and making a semiconductor material solidify henceforth as cooling temperature from which a solidification interface serves as a plane in the cooling temperature of a periphery and which is defined beforehand. If this invention is followed, in case a polycrystal semi-conductor will be manufactured, after arranging seed crystal at the pars basilaris ossis occipitalis of the truncated-pyramidal section in a crucible under an inactive ambient atmosphere to a semi-conductor first, a semiconductor material is inserted in in a crucible. Heating of a crucible is performed by the heating means estranged and established from a crucible as usual, and gives and dissolves radiant heat from the crucible upper part to the semiconductor material in a crucible. Moreover, with a heating means, the side-attachment-wall section of a crucible is also made into an elevated temperature, and dissolves a semiconductor material. Since it is cooled by the plinth, a crucible pars basilaris ossis occipitalis can dissolve a semiconductor material, without melting seed crystal. If the semiconductor material except seed crystal dissolves, heating by the heating means will be suspended and the coagulation of a semi-conductor will be started. The cooling temperature of a periphery is controlled to the cooling temperature of the core of a plinth, and the temperature distribution in a crucible are made almost equal as a solidification interface grows. When it reaches near [ whose a solidification interface is the part of the boundary line of a tubed part and the truncated-pyramidal section ] the boundary section, the cooling temperature of a periphery is controlled so that a solidification interface serves as a plane, and the semiconductor material of a tubed part is grown up as a polycrystal semi-conductor to which directivity was equal. Therefore, since a semiconductor material is made to solidify as a solidification interface maintains a plane after that by making a solidification interface into a plane when a semiconductor material is made to solidify and a solidification interface reaches near the boundary section of the truncated-pyramidal section and a tubed part, arranging seed crystal at the bottom of the truncated-pyramidal section of a crucible, and controlling the cooling temperature from a plinth, the polycrystal semi-conductor which had big crystal grain in the tubed part can be manufactured. Moreover, since \*\*\*\* [ the number of the seed crystal to be used / one ], the time and effort which can reduce a manufacturing cost compared with the case where two or more seed crystal is used, and covers with seed crystal can be saved.

[0013] Moreover, this invention is inserted in cylindrical susceptor and is inserting [ in the space between a crucible and susceptor ]-heat insulator characterized by said crucible. A heat insulator will be inserted in the space between the peripheries of a plinth and crucibles in susceptor if this invention is followed. Therefore, even if it does not prepare a difference in cooling temperature in the core and periphery of a plinth in the time of solidification initiation, a temperature gradient occurs in the core and periphery of a bottom of a crucible, and the configuration of a solidification interface can be made convex. Moreover, since a heat insulator is inserted in the space between a crucible and a plinth, it is stabilized and a crucible can be arranged to a plinth.

[0014] Moreover, by making the core and periphery of said plinth circulate through cooling water, respectively, this invention cools a plinth, makes a periphery circulate through a lot of cooling water as compared with a core, and is characterized by making cooling temperature of a periphery lower than a core. If this invention is followed, since cooling water will circulate independently to a core and a periphery in a plinth, respectively, cooling temperature of a periphery can be made lower than a core by making a periphery circulate through a lot of cooling water as compared with a core. Therefore, in the periphery and core of a plinth, cooling temperature can be set up separately, respectively, and heat can be taken from the bottom of a crucible.

[0015] Moreover, said semiconductor material of this invention is polish recon, and it is characterized by a polycrystal semi-conductor being polycrystalline silicon. If this invention is followed, said semiconductor material will be polish recon and a polycrystal semi-conductor will be polycrystalline silicon. Therefore, polycrystalline silicon with crystal grain can be manufactured by using the manufacture approach of the polycrystal semi-conductor of this invention.

[0016]

[Embodiment of the Invention] Drawing 1 is drawing of longitudinal section showing the rough configuration of the equipment used in the manufacture approach of the polycrystal semi-conductor which is one gestalt of operation of this invention. A well-closed container 1 is intercepted from atmospheric air by this equipment, and is prepared in it. The configuration that connect with an external vacuum pump and the interior of a container is maintained at a vacuum through the door for vacuum cutoff which is not illustrated is sufficient as a well-closed container 1. Or the configuration that inert gas, for example, an argon, circulates through the inside of a container by ordinary pressure may be used, and even if the ambient atmosphere in a container is maintained at the non-oxidizing-like environment and carries out heating fusion of the semi-conductor within a container, the bad influence by oxidation is not received.

[0017] In the well-closed container 1, the heating furnace 4 of the shape of a cylinder which consists of a heat insulator 2 and a heating object 3 so that it may illustrate is left and formed from the container side attachment wall. A heat insulator 2 and the heating object 3 are all the products made from graphite. The heating object 3 may consist of conductors, such as a metal. The induction-heating coil 5 is twisted the periphery side corresponding to the part in which the perimeter, especially the heating object 3 of a heating furnace 4 are located. If the induction-heating coil 5 is energized, it will heat the heating object 3. The thermocouple 6 for measuring the temperature of the heating object 3 is laid under the side-attachment-wall section of the heating object 3 through introductory tubing.

[0018] A thermocouple 6 and the induction-heating coil 5 are connected to the control unit 7 with which the exterior of a well-closed container 1 was equipped with lead wire 8, respectively. A control unit 7 answers an output from the 1st thermocouple 6, controls the power given to the induction-heating coil 5, and has the composition that the temperature up of a heating furnace 4 and a temperature fall can be carried out free.

[0019] Inside a well-closed container 1, the crucible 9 with which a semiconductor material and seed crystal are inserted is arranged. A crucible 9 is arranged so that the building envelope in which a heating furnace 4 is formed as shown in drawing 1 may be estranged and suited from the side attachment wall and the upper part of a heating furnace 4. A crucible 9 may consist of a tantalum, molybdenum, a tungsten, silicon nitride, and boron nitride as an ingredient of for example, silica material, graphite material, and others.

[0020] Drawing 2 is drawing showing the example of the configuration of a crucible 9. Drawing 2 (1) is the perspective view of a crucible 9, drawing 2 (2) is drawing which looked at the crucible 9 from the side face, and drawing 2 (3) is drawing seen from the opening side of a crucible 9. A crucible 9 is constituted by a tubed part 21 and the truncated-pyramidal section 22. The taper of an include angle  $\alpha$  is horizontally attached to the truncated-pyramidal section 22 of a crucible 9. The seed crystal 24 mentioned later is installed in the bottom 23 of a crucible 9.

[0021] As for the crucible 9, the pars basilaris ossis occipitalis is supported by susceptor 10 through the heat insulator 11 within the well-closed container 1. Susceptor 10 is further laid on a plinth 13, and can rotate a plinth 13 around a central major axis by the barrel 17 connected caudad. Propagation and a crucible 9 also rotate rotation of a barrel 17 according to rotation of a barrel 17 in the end crater 9 through a plinth 13 and susceptor 10. When a semiconductor material is inserted in a crucible 9 and a crucible 9 is heated within a heating furnace 4, the temperature distribution of the semiconductor material in a crucible 9 serve as homogeneity by this rotation. The side attachment wall 12 is formed in susceptor 10 so that the heat insulator 11 may be installed in the pars basilaris ossis occipitalis of a crucible 9 and each side face of a crucible 9 may be contacted.

[0022] Drawing 3 is drawing showing the configuration of a plinth 13. As shown in drawing 3 (1), the plinth 13 is constituted by the core 15 and the periphery 16, and has the cooling structure which each part became independent of. Drawing 3 (2) is the sectional view of a plinth 13. The barrel 17 is inserted in the core 15 as shown in drawing 3 (2). Two or more concentric circular cooling pipes 71 are formed in the periphery 16, and it has a duplex or multiplex tubing structure. In drawing 2, in order to understand the structure of a cooling pipe 71 easily, the cooling structure of 1 grouping was shown.

[0023] Since the cooling medium of an amount with which a core 15 and a periphery 16 have the cooling structure which carried out mutually-independent, and differ from each other in a core 15 and a periphery 16 can be poured, temperature of a core 15 and a periphery 16 can be made into different temperature.

[0024] A cooling medium is continuously supplied to a barrel 17 and a cooling pipe 71 from the cooling intermediation body whorl 19. A cooling medium is poured through barrel 17a to a susceptor 19 side, and is discharged through barrel 17b. Moreover, it passes through the 1st cooling pipe 72 to a susceptor 19 side, and is discharged through the 2nd cooling pipe 73 and the 3rd cooling pipe 74.

[0025] As a result, this cooler style carries out heat exchange to the inferior surface of tongue of the pars basilaris ossis occipitalis of the crucible with which susceptor 10 contacts, and plays the role which cools a pars basilaris ossis occipitalis. By the driving means 18 prepared in the exterior of a well-closed container 1, a plinth 13 and a barrel 17 are driven in the vertical direction, and a crucible 9 also goes up and down them with those vertical movement. In this way, the distance of the end crater 9 taken heating furnace 4 can also be adjusted with contiguity or alienation. Furthermore, as for a driving means 18, a rotation drive also makes a barrel 17 the circumference of an axis as mentioned above.

[0026] The pyrometer 14 is attached into the parietal region 3 of a heating furnace 4, i.e., the heating object right above a crucible 9. This pyrometer 14 can detect the radiant heat from the semiconductor material in a crucible 9, and can measure the skin temperature of an ingredient. Therefore, the pyrometer 14 is useful although the coagulation condition of a semiconductor material is distinguished at the time of the cooling coagulation of the fusion condition of an ingredient, or a semiconductor material at the time of heating fusion of the inserted semiconductor material.

[0027] Moreover, in contact with near the pars-basilaris-ossis-occipitalis center of a crucible 9, the thermocouple 20 is laid under the surface 10a of susceptor 10 in the inferior surface of tongue of a pars basilaris ossis occipitalis. A thermocouple 20 is used in order to measure the temperature of the bottom subordinate side of a crucible 9. A thermocouple 20 is electrically connected to the control unit 7 as well as a thermocouple 6 through lead wire 8. Therefore, a control unit 7 can control the temperature up of a heating furnace 4, and a temperature fall by controlling the power which answers the output of a thermocouple 20 and is supplied to the induction-heating coil 5.

[0028] Drawing 4 is drawing showing the temperature distribution and the solidification interface at the time of manufacturing a polycrystal semiconductor using a crucible 9. Since the heat insulator 11 is inserted between a crucible 9 and susceptor 10 as shown in drawing 4 (1), supposing the cooling temperature by the above-mentioned plinth 13 is equal at a core 15 and a periphery 16, temperature comes to differ in the location corresponding to the location corresponding to the core 15 in a crucible 9, and a periphery 16.

[0029] Drawing 4 (2) is a graph which shows the relation between the distance from side-attachment-wall 9a of one side of a crucible 9, and the temperature in an every place point. Each side-attachment-wall side of the temperature in a crucible 9 is high, and it is so low that it goes to a core. That is, the temperature distribution in a crucible 9 are convex. Therefore, the solidification interface 31 of the semiconductor material in a crucible 9 becomes convex as shown in drawing 4 (3). A crystal can be created by the same crystal orientation as seed crystal by controlling the cooling temperature from a plinth 13 so that the solidification interface 31 of a semiconductor material becomes convex.

[0030] Drawing 5 is drawing showing the configuration of the solidification interface at the time of a semiconductor material solidifying in a crucible 9. Drawing 5 (1) shows the solidification interface 31 at the time of coagulation initiation. Temperature of the semiconductor material 30 in about 24 seed crystal is made higher than the temperature of the semiconductor material 30 by the side of side-attachment-wall 9a, and the solidification interface 31 is made convex. The temperature by the side of side-attachment-wall 9a is lowered as coagulation advances, and it brings close to about 24 seed crystal temperature. The include angle the solidification interface 31 grows up to be as shown in drawing 5 (2) is made small by lessening the temperature gradient in a crucible 9.

[0031] When the solidification interface 31 reaches by controlling cooling temperature near the boundary section of the tubed part 21 and the truncated-pyramidal section 22 in a crucible 9, the temperature of the semiconductor material 30 in about 24 seed crystal in a crucible 9 and the temperature of the semiconductor material 30 by the side of side-attachment-wall 9a are made to become equal,

and the solidification interface 31 is mostly made into a plane. Henceforth, cooling control is performed so that the solidification interface 31 may maintain a plane. When the output signal of a pyrometer 14 changes, it can check whether the semiconductor material 30 in a crucible 9 has solidified altogether.

[0032] Drawing 6 is drawing showing the process into which the ingot of the polycrystal semi-conductor 32 which was able to be pulled up from the crucible 9 after solidification is processed. Drawing 6 (1) shows the ingot which was able to be pulled up from the crucible 9. Since crystal orientation is not equal to the part corresponding to a tubed part 21, the part corresponding to the truncated-pyramidal section 22 of a crucible 9 is cut off as shown in drawing 6 (2). The polycrystal semi-conductor 32 processed into the rectangular parallelepiped is divided in the direction of a long side, as shown in drawing 6 (3). Furthermore, it is processed into a predetermined configuration by the purpose used.

[0033] Below, the manufacture approach of the polycrystal semi-conductor of this invention is explained in more detail for every process. First, seed crystal 24 is arranged at the bottom 23 of a crucible 9. The end crater 9 which gets after arranging seed crystal 24 is filled up for example, with polish recon as a semiconductor material. As for restoration of polish recon, it is desirable to carry out in the exterior of the well-closed container 1 shown in drawing 1.

[0034] The crucible 9 with which the susceptor 10 by which the heat insulator 11 is arranged was filled up with polish recon is laid. In case a crucible 9 is laid, the core of a crucible 9 unites so that it may be in agreement with the shaft passing through the center of a plinth 13 and susceptor 10. A barrel 17 and a plinth 13 are raised using a driving means 18, and a crucible 9 is set so that a crucible 9 may be arranged at the position inside a heating furnace 4. Before operating a heating furnace 4, a plinth 13 and a barrel 17 are made to circulate through water, and it confirms that the inferior surface of tongue of the pars basilaris ossis occipitalis of a crucible 9, especially a pars basilaris ossis occipitalis is cooled.

[0035] Before beginning heating of a heating furnace 4 furthermore, a barrel 17 is rotated to the circumference of a vertical-axis line by the driving means 18, and heating to the polish recon in a crucible 9 is made to be carried out to homogeneity. Then, an electrical potential difference is impressed to the induction-heating coil 5, and the polish recon in the end crater 9 which heated the heating object 3 and uses the radiant heat from the heating object 3 is heated.

[0036] If an alternating current with a frequency of about 7kHz is impressed to the induction-heating coil 5, the temperature of the heating object 3 rises by induction heating, with the radiant heat from the heating object 3, a crucible 9 will be heated and the temperature of the polish recon in a crucible 9 will rise. A heating furnace 4 is heated at 1420 degrees C or more which is the melting out temperature of silicon. In this gestalt of operation of this invention, since it is the structure which has a heat source in the upper part side of a crucible 9, and has the cooling section in a pars-basilaris-ossis-occipitalis side, the silicon in a crucible 9 is dissolved from an upper part side to a pars-basilaris-ossis-occipitalis side. The monitor of signs that the polish recon 30 dissolves can be carried out using a pyrometer 14.

[0037] The electric energy supplied to the induction-heating coil 5 so that the temperature in a heating furnace 4 may become fixed is controlled. Control of the electric energy to supply is performed by answering the output of the thermocouple for control. Based on the temperature change detected by the thermocouple which the bottom of a crucible 9 is made to correspond and is formed, what polish recons other than seed crystal 24 dissolved is checked.

[0038] A check of what polish recon dissolved lowers the temperature in a heating furnace 4 in 1 hour at a rate of 1 time (1 degree C/(h)). Moreover, the polish recon 30 is made to solidify a plinth 13 from the bottom 23 side of the end crater 9 which is making it descend in 1 hour at a rate of 10mm (10mm/(h)). In addition, in case polish recon is made to solidify, in order to reduce the effect of the temperature distribution in a heating furnace 4, a plinth 13 is rotated by the driving means 18 at the speed of 1rpm.

[0039] In case polycrystalline silicon is manufactured, time amount required in order that all the polish recons in the condition of having dissolved in the crucible 9 may solidify is measured beforehand. It can judge by change of the signal with which a pyrometer 14 receives how [ that the polish recon in a crucible 9 solidified ] it is. Based on the time amount taken for the polish recon in a crucible 9 to solidify, the rate which the polish recon dissolved in a crucible 9 solidifies, i.e., the rate a solidification interface grows up to be, is computable.

[0040] By computing the rate a solidification interface grows up to be, time amount until a solidification interface reaches near [ said ] the boundary section is computed. A solidification interface is made into a plane, when the circulating water flow supplied to the periphery 16 of a plinth 13 is controlled based on said time amount computed and a solidification interface reaches near [ said ] the boundary section. That is, when it is made to increase from the amount of water which supplies the circulating water flow supplied to a periphery 16 at the time of coagulation initiation and a solidification interface reaches near [ said ] the boundary section, temperature of a location corresponding to the core 15 of the plinth 13 in a crucible 9 and temperature of the location corresponding to a periphery 16 are made the same. The polish recon in a crucible 9 pulls up polycrystalline silicon from a crucible 9, after solidifying as polycrystalline silicon.

[0041] As mentioned above, according to this gestalt of operation of this invention, based on the rate the solidification interface computed beforehand grows up to be, the semiconductor material dissolved in the crucible 9 controls the circulating water flow supplied to the core 15 and periphery 16 of a plinth 13, and is solidified. Make a solidification interface convex, while solidification progresses, the circulating water flow supplied to a periphery 16 is made to increase at the time of coagulation initiation of a semiconductor material, a solidification interface is brought close to a plane, and it is made a plane near the boundary section of the tubed part 21 of a crucible 9, and the truncated-pyramidal section 22. Since solidification is advanced as a solidification interface maintains a plane after a solidification interface becomes a plane, the polycrystal semi-conductor which had big crystal grain in the tubed part 21 can be obtained.

[0042]

[Example] In a crucible 9, the die length of the cross direction in a tubed part 21 is 55cm, respectively, and height is 40cm. About the include angle alpha of the taper in the truncated-pyramidal section 22 of a crucible 9, it mentions later.

[0043] the seed crystal 24 of the silicon arranged at the bottom 23 of a crucible 9 — CZ (Chocora RUSUKI) — the crystal of the field (100) of the crystal created by law was used. The magnitude of seed crystal 24 is 10cm long and 10cm wide, and thickness is 2cm. The crystal preferably pretreated by chemical etching is used for this silicon seed crystal 24. This etching is performed in order to make a crystal front face smooth so that it may be suitable for crystal growth. The crucible 9 was filled up with about 140kg of polish recons after having arranged seed crystal 24 at the bottom 23 of a crucible 9.

[0044] The relation between the temperature of the location corresponding to the core 15 of the plinth 13 in a crucible 9, the

temperature of the location corresponding to a periphery 16, and the growth direction of a solidification interface is shown in Table 1 shown below. Moreover, the growth direction of the solidification interface 31 is shown in drawing 7. The growth direction beta is an include angle to the direction of a vertical of the solidification interface 31.

[0045]

[Table 1]

中央部 (℃)	周辺部 (℃)	成長方向 (鉛直方向に対する角度)
1 4 0 0	1 4 0 0	0 °
1 4 0 0	1 4 0 5	1 0 °
1 4 0 0	1 4 0 9	2 2 °
1 4 0 0	1 4 1 5	3 4 °
1 4 0 0	1 4 2 0	4 5 °

[0046] When the temperature of a center section and the periphery of a crucible 9 is equal, the growth direction beta becomes 0 times and the solidification interface 31 becomes a flat. Considering as 1400 degrees C so that seed crystal 24 may not be dissolved, when the temperature of a core raised the temperature of a periphery 16, according to the rise of said temperature, the growth direction beta increased it. When temperature of a periphery 16 is made into 1420 degrees C, the growth direction beta becomes 45 degrees. In addition, if temperature of a periphery 16 is made high more than this, it will become more than the melting point of silicon, and solidification will not advance. On the other hand, if temperature of a center section is made lower than 1400 degrees C, having a bad influence on the quality of a crystal is confirmed in the experiment.

[0047] Since the maximum of the growth direction is 45 degrees, the include angle alpha of the taper section of a crucible 9 turns into 45 degrees or more. In case polycrystalline silicon 32 is manufactured as mentioned above, since the ingot part formed in the truncated-pyramidal section 22 of a crucible 9 is deleted, it is desirable to make the truncated-pyramidal section 22 as small as possible. Therefore, the include angle alpha of the taper section of a crucible 9 is set to 45 degrees. The height of the truncated-pyramidal section 22 in a crucible 9 is set to 22.5cm from the magnitude of seed crystal 24.

[0048] Drawing 8 is a timing chart which shows the relation between the time amount after starting the solidification in this example, and the amount of water of the cooling water supplied to a plinth 13. In time of day t0, when solidification is started, the broken line 52 which shows the straight line 21 which shows the amount of water supplied to the core 15 of a plinth 13, and the amount of water supplied periphery 16 is in agreement. In time of day t0, M1 supplied is 15l./m in this example. The amount of water supplied to a core 15 does not change with amount of water M1. The amount of water supplied to a periphery 16 increases in monotone after time of day t0, and turns into amount of water M2 in time of day t1. After time of day t1, cooling water is supplied to a periphery 16 by amount of water M2. Amount of water M2 is 25l./m in this example.

[0049] Based on the solidification rate measured beforehand, the amount of water M2 and time of day t1 of cooling water are set as the time of day t1 when a solidification interface reaches near the boundary section of the pillar-shaped section and the truncated-pyramidal section so that a solidification interface may serve as a plane.

[0050] After the polish recon in a crucible 9 carries out coagulation crystallization as polycrystalline silicon, polycrystalline silicon is pulled up from a crucible 9. The crystallized polycrystalline silicon is processed as mentioned above.

[0051]

[Effect of the Invention] Arranging seed crystal at the bottom of the truncated-pyramidal section of a crucible, and controlling the cooling temperature from a plinth according to this invention, as mentioned above Since solidification is advanced as a solidification interface maintains a plane after that by making a solidification interface into a plane when a semiconductor material is made to solidify and a solidification interface reaches near at the boundary section of the truncated-pyramidal section and a tubed part, the polycrystal semi-conductor which had big crystal grain in the tubed part can be manufactured. Moreover, since \*\*\*\* [ the number of the seed crystal to be used / one ], a manufacturing cost can be reduced compared with the case where two or more seed crystal is used, and the time and effort which covers with seed crystal can be saved.

[0052] Moreover, since only the semiconductor material with which it loaded into the end crater which is not made to dissolve the seed crystal laid in the crucible base, but boils it in the manufacture approach of a polycrystal semi-conductor is dissolved and coagulation crystallization of cooling and the semiconductor material is carried out from a crucible pars basilaris ossis occipitalis, the high quality polycrystal semi-conductor excellent in the crystallography target with which it applied to the crucible upper part from the pars basilaris ossis occipitalis, and the crystal grew up to be an one direction can be obtained.

[0053] Moreover, according to this invention, even if it does not prepare a difference in cooling temperature in the core and periphery of a plinth in the time of solidification initiation, a temperature gradient occurs in the core and periphery of a bottom of a crucible, and the configuration of a solidification interface can be made convex. Moreover, since a heat insulator is inserted in the space of a between [ a crucible and plinths ], it is stabilized and a crucible can be arranged to a plinth.

[0054] Since cooling water furthermore circulates independently to a core and a periphery in a plinth, respectively according to this invention, by making a periphery circulate through a lot of cooling water as compared with a core, cooling temperature of a periphery can be made lower than a core, cooling temperature can be separately set up in the periphery and core of a plinth, respectively, and heat can be taken from the bottom of a crucible.

[0055] Furthermore, since according to this invention said semiconductor material is polish recon and a polycrystal semi-conductor is polycrystalline silicon, polycrystalline silicon with big crystal grain can be manufactured.

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

## DESCRIPTION OF DRAWINGS

## [Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is drawing of longitudinal section showing the rough configuration of the equipment used in the manufacture approach of the polycrystal semi-conductor which is one gestalt of operation of this invention.

[Drawing 2] It is drawing showing the example of the configuration of a crucible 9.

[Drawing 3] It is drawing showing the configuration of a plinth 13.

[Drawing 4] It is drawing showing the temperature distribution and the solidification interface at the time of manufacturing a polycrystal semi-conductor using a crucible 9.

[Drawing 5] It is drawing showing the configuration of the solidification interface at the time of a semiconductor material solidifying in a crucible 9.

[Drawing 6] The polycrystal semi-conductor 32 which was able to be pulled up from the crucible 9 is drawing showing the process processed after solidification.

[Drawing 7] It is drawing showing the growth direction of the solidification interface 31.

[Drawing 8] It is the timing chart which shows the relation between the time amount after starting solidification, and the amount of water of the cooling water supplied to a plinth 13.

[Drawing 9] It is drawing for explaining how to manufacture polycrystalline silicon.

## [Description of Notations]

- 1 Well-closed Container
- 2 Heat Insulator
- 3 Heating Object
- 4 Heating Furnace
- 5 Induction-Heating Coil
- 6 Thermocouple
- 7 Control Unit
- 8 Lead Wire
- 9 Crucible
- 10 Susceptor
- 11 Heat Insulator
- 12 Side Attachment Wall
- 13 Plinth
- 14 Pyrometer

[Translation done.]



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-71497

(43)公開日 平成9年(1997)3月18日

(51)Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 28/06			C 3 0 B 28/06	
			29/06	5 0 1 Z
H 0 1 L 31/04	5 0 1		H 0 1 L 21/208	Z
// H 0 1 L 21/208			31/04	A

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平7-228401

(22)出願日 平成7年(1995)9月5日

(71)出願人 000005049

シャープ株式会社

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号

(72)発明者 山崎 基治

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ  
ャープ株式会社内

(72)発明者 奥野 哲啓

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ  
ャープ株式会社内

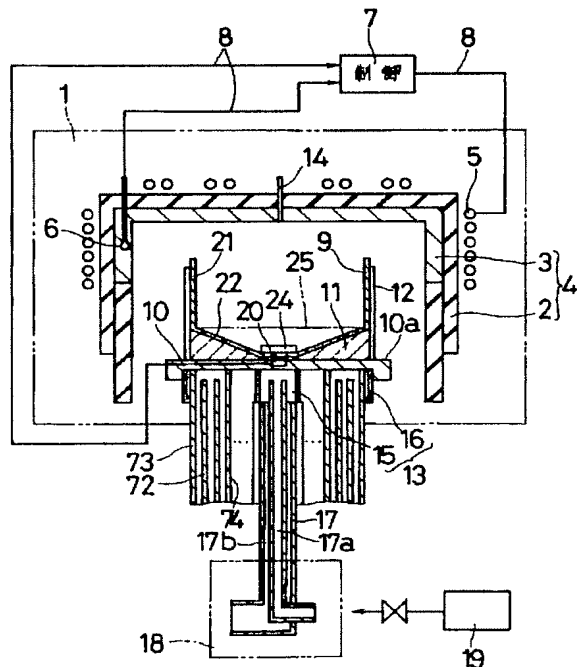
(74)代理人 弁理士 西教 圭一郎

(54)【発明の名称】 多結晶半導体の製造方法

(57)【要約】

【課題】 大きな結晶粒を持つ多結晶半導体を製造する方法を提供する。

【解決手段】 ろつば9の錐台状部22の底に種結晶24を配置し、半導体材料を装入する。加熱炉4によってろつば9を加熱し半導体材料のみを融解させる。ろつば9は、台座13によって冷却されるが、中心部15に対して、周辺部16は熱絶縁体11を介してろつば9に接しているため、冷却温度の伝わり方が低い。凝固開始時には、固化界面が上に凸となるように中心部15と周辺部16とに供給される水量を制御する。固化界面の成長とともに周辺部16に供給する水量を増加させ、固化界面が境界25に達したときに平面状とし、以後は、水量を変更させることなく凝固を進行させる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 半導体に対して不活性な雰囲気下で、筒状である筒状部と、筒状部の一方の開口端に接続され、先端になるにつれ先細となる錐台状部とを有するつばの錐台状部の底部に種結晶を配置し、るつば内に半導体材料を装入して加熱手段によって加熱融解し、るつば底部から熱を奪いながら底部の下面温度を半導体材料の融点以下に保つことによって実質的に種結晶を融解させることなく半導体材料のみを融解した後、るつばを冷却し融解した半導体材料を凝固させ種結晶から多結晶を成長させる多結晶半導体の製造方法において、るつばは、るつばを載置したときに錐台状部の底部下面に対応する中心部と、中心部以外の部分である周辺部とによって構成される台座によって支持され、かつ当該台座によって底部から熱を奪われ、半導体材料を凝固させる際には、台座の中心部と周辺部とを同一の冷却温度に保ちながらるつばの冷却を開始し、周辺部の冷却温度を中心部の冷却温度に対して制御し、融解状態の半導体材料と凝固した半導体材料との境界面である固化界面が、筒状部と錐台状部との境目の部分である境界部近傍に達したときには、周辺部の冷却温度を固化界面が平面状となる予め定められる冷却温度として、以後は固化界面を平面状に保って半導体材料を凝固させることを特徴とする多結晶半導体の製造方法。

【請求項2】 前記るつばは、筒状である支持台に嵌込まれ、るつばと支持台との間の空間に熱絶縁体を挿入することと特徴とする請求項1記載の多結晶半導体の製造方法。

【請求項3】 前記台座の中心部と周辺部とにそれぞれ冷却水を循環させることによって台座を冷却し、周辺部に中心部と比較して多量の冷却水を循環させ、周辺部の冷却温度を中心部より低くすることを特徴とする請求項1または2記載の多結晶半導体の製造方法。

【請求項4】 前記半導体材料はポリシリコンであり、多結晶半導体は多結晶シリコンであることを特徴とする請求項1～3のうちの1つに記載の多結晶半導体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、多結晶半導体の製造方法に関する。さらに詳しくは、結晶学的に優れた多結晶半導体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 シリコンは、IC（集積回路）等を用いる半導体の材料として、または、太陽電池の材料として工業生産の面からも資源の面からも優れた材料であり、広く用いられている。特に太陽電池の材料として、実用化されているものはほとんどがシリコンである。現在電力供給用太陽電池としては、単結晶シリコンを用いたものが主流であるが、低コストを実現するためには高品質

な多結晶シリコンを用いた太陽電池の開発が待たれている。

【0003】 多結晶シリコンを製造する際の一般的な方法は、シリカルるつばにて固体シリコンを加熱炉内で融解し、黒鉛るつばに鑄込む方法である。最近では、真空中あるいは不活性ガス中で融解して、酸素、窒素ガス等のシリコンへの混入を防止し、品質向上とダスト防止が計られている。

【0004】 たとえば、特公昭57-21515号公報に開示されている独国ワッカー社の半連続鑄造炉では、真空中または不活性ガス中でシリカルるつば内で融解したシリコンを黒鉛等の鑄型内にるつばを傾けて注入している。また、特公昭58-54115号公報に開示されている米国クリスタルシステムズ社のHEM法（HeatExchange Method）では、真空中でシリカルるつば内にシリコンを融解し、そのままシリカルるつば内で固めている。また、前記ワッカー社法の改良として、住友シスチック社では、特開昭62-260710号公報に開示されている方法として、シリコン融解るつばとして水冷した鋼板を用いる方法が用いられている。

【0005】 上述のように融解した固体シリコンを単に黒鉛るつばに鑄込む方法では、結晶の方向性が揃わずに品質の良い多結晶シリコンを製造することはできない。そのため、るつばの底面に種結晶を配置し、種結晶の結晶方向に沿って結晶を成長させる方法が用いられる。種結晶を用いる際には、種結晶を融解させないように温度制御を行う必要がある。たとえば、前述したHEM法では、種結晶を融解させないように材料（サファイア、ゲルマニウム等）の融解時の温度検知を、目視と熱電対の絶対温度測定とで行っている。目視で温度検知を行うと、ガラスの曇りなどによって結晶成長毎に変動があり再現性に乏しい。また熱電対を使用する方法であっても、熱電対本来の絶対温度は、高温使用（たとえば1400℃以上）のとき経時変化が著しくこれもまた再現性に乏しい。その結果、材料の融解温度検知は、おおその目安としてとらえ、ヘリウムガスなどを流してるつば底部を冷却し、種結晶を融解させないようにしている。しかしながら、ヘリウムガスは非常に高価であり工業的にこの方法を用いて結晶を製造することは実用的でない。また、種結晶を用いる結晶成長方法では、種結晶以外の材料をすべて融解させる必要があるが、前記HEM法では、種結晶周辺の材料は融解せずに残っている可能性があり種結晶の結晶方向に揃っているとはいえない。

【0006】 また、最近では種結晶をるつばの底部に複数枚敷き、るつばの底部の温度を制御することによって結晶の方向性の揃った多結晶シリコンを得ている。

【0007】 図9は、多結晶シリコンを製造する方法について説明するための図である。図9（1）においては、るつば61に半導体材料として、たとえばポリシリコン62が装入されている。るつば61は、台座63に

よって支持されている。ポリシリコン62は、加熱体64によって加熱融解される。

【0008】図9(2)は、るつぼ61における一方の側壁から他方の側壁までの距離と温度との関係を示すグラフであり、図9(3)は、るつぼ61内のポリシリコン62について示す図である。多結晶シリコンを成長させる際には、るつぼ61底部からたとえば台座63によって冷却し、ポリシリコン62を凝固させる。ここで、図9(2)に示すように中心部の温度に対して周辺部側の温度が高くなるように冷却温度を制御することによって、ポリシリコン62の凝固している部分と融解している部分との境界面である固化界面65を上に出とする。固化界面65が上に凸となるように制御することによって種結晶と結晶方位の揃った多結晶シリコンを得ることができる。

【0009】なお、化合物半導体を製造する際には、底にテーパがついたるつぼを使用して結晶成長が行われることがある。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】単結晶を複数枚用いて多結晶シリコンを製造する場合、単結晶が複数枚必要であるため製造コストは増加する。また、種結晶をるつぼの底面に敷き詰める必要があり手間がかかる。

【0011】本発明の目的は、大きな結晶粒を持つ多結晶半導体を製造する方法を提供することである。

【0012】

【課題を解決するための手段】本明細書中用いる「不活性な雰囲気下」とは、真空中あるいは、その中で半導体材料が加熱時に酸化されない不活性ガス等が存在する雰囲気下を意味し、密閉容器内で実現される。本発明は、半導体に対して不活性な雰囲気下で、筒状である筒状部と、筒状部の一方の開口端に接続され、先端になるにつれ先細となる錐台状部とを有するるつぼの錐台状部の底部に種結晶を配置し、るつぼ内に半導体材料を装入して加熱手段によって加熱融解し、るつぼ底部から熱を奪いながら底部の下面温度を半導体材料の融点以下に保つことによって実質的に種結晶を融解させることなく半導体材料のみを融解した後、るつぼを冷却し融解した半導体材料を凝固させ種結晶から多結晶を成長させる多結晶半導体の製造方法において、るつぼは、るつぼを載置したときに錐台状部の底部下面に対応する中心部と、中心部以外の部分である周辺部とによって構成される台座によって支持され、かつ当該台座によって底部から熱を奪われ、半導体材料を凝固させる際には、台座の中心部と周辺部とを同一の冷却温度に保ちながらるつぼの冷却を開始し、周辺部の冷却温度を中心部の冷却温度に対して制御し、融解状態の半導体材料と凝固した半導体材料との境界面である固化界面が、筒状部と錐台状部との境目の部分である境界部近傍に達したときには、周辺部の冷却温度を固化界面が平面状となる予め定められる冷却温度

として、以後は固化界面を平面状に保って半導体材料を凝固させることを特徴とする多結晶半導体の製造方法である。本発明に従えば、多結晶半導体を製造する際には、まず半導体に対して不活性な雰囲気下で、るつぼにおける錐台状部の底部に種結晶を配置してからるつぼ内に半導体材料を装入する。るつぼの加熱は、従来どおりるつぼから離間して設けられる加熱手段によって行われ、るつぼ内の半導体材料にるつぼ上部から輻射熱を与えて融解する。また、るつぼの側壁部も加熱手段によって高温にされ、半導体材料を融解する。るつぼ底部は、台座によって冷却されているので、種結晶を溶かすことなく半導体材料を融解させることができる。種結晶を除く半導体材料が融解すると加熱手段による加熱を停止し、半導体の凝固を開始する。台座の中心部の冷却温度に対して周辺部の冷却温度を制御し、固化界面が成長するに従ってるつぼ内の温度分布をほぼ等しくする。固化界面が筒状部と錐台状部との境目の部分である境界部近傍に達したときに固化界面が平面状となるように周辺部の冷却温度を制御し、筒状部の半導体材料を方向性の揃った多結晶半導体として成長させる。したがって、るつぼの錐台状部の底に種結晶を配置して台座からの冷却温度を制御しながら半導体材料を凝固させ、固化界面が錐台状部と筒状部との境界部付近に達したときには固化界面を平面状として、その後は固化界面が平面状を保つようにして半導体材料を凝固させるので、筒状部において大きな結晶粒を持った多結晶半導体を製造することができる。また、用いる種結晶は1つで良いので、種結晶を複数枚用いる場合に比べて製造コストを削減することができ、また種結晶を敷き詰める手間を省くことができる。

【0013】また本発明は、前記るつぼは、筒状である支持台に嵌込まれ、るつぼと支持台との間の空間に熱絶縁体を挿入することと特徴とする。本発明に従えば、支持台における台座の周辺部とるつぼとの間の空間には、熱絶縁体が挿入される。したがって、固化開始時において台座の中心部と周辺部とにおいて冷却温度に差を設けなくともるつぼの底の中心部と周辺部とで温度差が発生し、固化界面の形状を上に出とすることができる。また、熱絶縁体がるつぼと台座との間の空間に挿入されるので、るつぼを安定して台座に配置することができる。

【0014】また本発明は、前記台座の中心部と周辺部とにそれぞれ冷却水を循環させることによって台座を冷却し、周辺部に中心部と比較して多量の冷却水を循環させ、周辺部の冷却温度を中心部より低くすることと特徴とする。本発明に従えば、台座において中心部と周辺部とはそれぞれ独立して冷却水が循環されるので、中心部と比較して多量の冷却水を周辺部に循環させることによって周辺部の冷却温度を中心部より低くすることができる。したがって、台座の周辺部と中心部とにおいてそれぞれ別個に冷却温度を設定し、るつぼの底から熱を奪

うことができる。

【0015】また本発明は、前記半導体材料はポリシリコンであり、多結晶半導体は多結晶シリコンであることを特徴とする。本発明に従えば、前記半導体材料はポリシリコンであり、多結晶半導体は多結晶シリコンである。したがって、本発明の多結晶半導体の製造方法を用いることによって、結晶粒をもった多結晶シリコンを製造することができる。

【0016】

【発明の実施の形態】図1は、本発明の実施の一形態である多結晶半導体の製造方法において用いられる装置の概略的な構成を示す縦断面図である。この装置には、密閉容器1が大気から遮断されて設けられている。密閉容器1は、図示しない真空遮断用扉を介して、外部の真空ポンプに連結され、容器内部が真空中に保たれる構成でもよい。あるいは、不活性ガス、たとえばアルゴンが容器内を常圧で循環する構成でもよく、容器内雰囲気为非酸化的環境に保たれ半導体を容器内で加熱融解しても酸化による悪影響を受けない。

【0017】密閉容器1内には、図示するように熱絶縁体2および加熱体3からなる円筒状の加熱炉4が容器側壁から離れて設けられている。熱絶縁体2および加熱体3はいずれも、たとえばグラファイト製である。加熱体3は、金属などの導電体で構成されていてもよい。加熱炉4の周囲、特に加熱体3が位置する部分に対応する外周部に誘導加熱コイル5が巻付けられている。誘導加熱コイル5は、通電されると加熱体3を熱する。加熱体3の側壁部には、加熱体3の温度を測定するための熱電対6が導入管を通して埋設されている。

【0018】熱電対6および誘導加熱コイル5は、それぞれリード線8によって密閉容器1の外部に備えられた制御装置7に接続される。制御装置7は、第1の熱電対6からの出力に応答して、誘導加熱コイル5に与える電力を制御し、加熱炉4の昇温、降温を自在に実施し得る構成となっている。

【0019】密閉容器1の内部には、半導体材料および種結晶が挿入されるるつぼ9が配置される。るつぼ9は、図1に示すように加熱炉4が形成される内部空間に加熱炉4の側壁および上部から離間して適合されるように配置される。るつぼ9は、たとえばシリカ材、グラファイト材、その他の材料としてタンタル、モリブデン、タングステン、窒化ケイ素、窒化ホウ素からなってもよい。

【0020】図2は、るつぼ9の形状の例を示す図である。図2(1)はるつぼ9の斜視図であり、図2(2)はるつぼ9を側面から見た図であり、図2(3)はるつぼ9の開口部側から見た図である。るつぼ9は、筒状部21と錐台状部22とによって構成される。るつぼ9の錐台状部22には、水平方向から角度 $\alpha$ のテーパがつけられている。るつぼ9の底23には後述する種結晶24

が設置される。

【0021】るつぼ9は、密閉容器1内でその底部が熱絶縁体11を介して支持台10によって支持されている。支持台10はさらに台座13上に載置され、台座13は下方に連結する筒体17によって中央の長軸の周りに回転することができる。筒体17の回転は、台座13、支持台10を介してるつぼ9に伝わり、るつぼ9も筒体17の回転に従って回転する。るつぼ9に半導体材料が装入され、加熱炉4内で、るつぼ9が加熱されると、この回転によってるつぼ9内の半導体材料の温度分布は均一となる。るつぼ9の底部には、熱絶縁体11が設置されており、またるつぼ9の各側面に当接するように、支持台10に側壁12が設けられている。

【0022】図3は、台座13の構成を示す図である。台座13は、図3(1)に示すように、中心部15と周辺部16とによって構成されており、それぞれの部分が独立した冷却構造を有する。図3(2)は、台座13の断面図である。図3(2)に示すように、中心部15には筒体17が挿入されている。周辺部16には、複数の同心円状の冷却管71が設けられており、2重あるいは多重管構造を有する。図2においては、冷却管71の構造を容易に理解するために1組分の冷却構造について示した。

【0023】中心部15と周辺部16とが互いに独立した冷却構造をもち、中心部15と周辺部16とに異なる量の冷却媒体を流すことができるので、中心部15と周辺部16の温度を異なる温度とすることができる。

【0024】冷却媒体は、冷却媒体層19から連続的に筒体17および冷却管71に供給される。冷却媒体は、筒体17aを通して支持台19側へと流され、筒体17bを通して排出される。また、第1冷却管72を通して支持台19側へと流され、第2冷却管73、第3冷却管74を通して排出される。

【0025】この冷却機構は、結果的には支持台10が当接するるつぼの底部の下面と熱交換し、底部を冷却する役割を果たす。台座13および筒体17は密閉容器1の外部に設けられた駆動手段18によって上下方向に駆動され、るつぼ9もそれらの上下動に伴って昇降する。こうして、加熱炉4とるつぼ9の距離も近接あるいは離間と調節できる。さらに駆動手段18は、前述のように筒体17を軸線まわりに回転駆動もする。

【0026】加熱炉4の頭頂部、すなわちるつぼ9の真上の加熱体3中にパイロメータ14が取り付けられている。このパイロメータ14は、るつぼ9内の半導体材料からの放射熱を検知し、材料の表面温度を測定することができる。したがって、挿入された半導体材料の加熱融解時には材料の融解状態を、あるいは半導体材料の冷却凝固時には半導体材料の凝固状態を判別するのにパイロメータ14は有用である。

【0027】また、るつぼ9の底部中央付近に底部の下

面を当接して支持台10の表層10aに熱電対20が埋設されている。熱電対20は、るつぼ9の底部下面の温度を測定するために用いられる。熱電対20は、熱電対6と同様に制御装置7にリード線8を介して電気的に接続される。したがって、制御装置7は、熱電対20の出力にตอบสนองして誘導加熱コイル5に供給する電力を制御することによって、加熱炉4の昇温、降温を制御することができる。

【0028】図4は、るつぼ9を使用して多結晶半導体を製造する際の温度分布と固化界面とを示す図である。図4(1)に示すように、るつぼ9と支持台10との間に熱絶縁体11が挿入されているので、前述の台座13による冷却温度が中心部15と周辺部16とで等しいとすると、るつぼ9における中心部15に対応する位置と、周辺部16とに対応する位置とでは、温度が異なるようになる。

【0029】図4(2)は、るつぼ9の一方側の側壁9aからの距離と各地点における温度との関係を示すグラフである。るつぼ9内の温度は、各側壁側が高く、中心に向かう程低くなっている。すなわち、るつぼ9内の温度分布は、下に凸となっている。したがって、るつぼ9内の半導体材料の固化界面31は、図4(3)に示すように上に凸となる。半導体材料の固化界面31が上に凸となるように台座13からの冷却温度を制御することによって種結晶と同じ結晶方位で結晶を作成することができる。

【0030】図5は、るつぼ9において半導体材料が凝固する際の固化界面の形状を示す図である。図5(1)は、凝固開始時の固化界面31を示す。種結晶24近傍における半導体材料30の温度を、側壁9a側の半導体材料30の温度よりも高くして固化界面31を上に出す。凝固が進行するに従って側壁9a側の温度を下げて、種結晶24近傍の温度に近づける。るつぼ9内の温度差を少なくすることによって図5(2)に示すように固化界面31の成長する角度を小さくする。

【0031】冷却温度を制御することによって、固化界面31がるつぼ9における筒状部21と錐台状部22との境界部近傍に達したときに、るつぼ9内の種結晶24近傍における半導体材料30の温度と側壁9a側の半導体材料30の温度とを等しくするようにし、固化界面31をほぼ平面状とする。以後は、固化界面31が、平面状を保つように冷却制御を行う。るつぼ9内の半導体材料30がすべて固化したかどうかは、パイロメータ14の出力信号が変化することによって確認することができる。

【0032】図6は、固化後るつぼ9から引き上げられた多結晶半導体32のインゴットが加工される工程を示す図である。図6(1)は、るつぼ9から引き上げられたインゴットを示す。るつぼ9の錐台状部22に対応する部分は、筒状部21に対応する部分とは、結晶方向が

揃っていないので、図6(2)に示すように切り取られる。直方体に加工された多結晶半導体32は、図6(3)に示すように長辺方向に分割される。さらに、使用される目的によって所定の形状に加工される。

【0033】以下に、本発明の多結晶半導体の製造方法を各工程ごとにさらに詳しく説明する。まず、るつぼ9の底23に種結晶24を配置する。種結晶24を配置した後のるつぼ9に半導体材料としてたとえばポリシリコンを充填する。ポリシリコンの充填作業は、図1に示す密閉容器1の外部で行うことが好ましい。

【0034】熱絶縁体11が配置されている支持台10にポリシリコンが充填されたるつぼ9を載置する。るつぼ9を載置する際には、るつぼ9の中心が、台座13および支持台10の中央を通る軸に一致するようにあわせる。駆動手段18を用いて筒体17、台座13を上昇させ、るつぼ9が加熱炉4の内部の所定の位置に配置されるようにるつぼ9のセッティングを行う。加熱炉4を作動させる前に、台座13および筒体17に水を循環させ、るつぼ9の底部、特に底部の下面が冷却されていることを確かめる。

【0035】さらに加熱炉4の加熱を始める前に、筒体17を駆動手段18で鉛直軸線まわりに回転させ、るつぼ9内のポリシリコンへの加熱が均一に行われるようにする。続いて、誘導加熱コイル5に電圧を印加し、加熱体3を加熱して加熱体3からの輻射熱を利用してるつぼ9内のポリシリコンを加熱する。

【0036】誘導加熱コイル5に約7kHzの周波数の交流を印加すると、誘導加熱によって加熱体3の温度が上昇し、加熱体3からの輻射熱によってるつぼ9が加熱され、るつぼ9内のポリシリコンの温度が上昇する。シリコンの融解温度である1420℃以上に加熱炉4を加熱する。本発明の実施のこの形態においては、るつぼ9の上部側に熱源があり、底部側に冷却部がある構造であるので、るつぼ9内のシリコンは、上部側から底部側へと融解する。ポリシリコン30が融解する様子は、パイロメータ14を用いてモニタすることができる。

【0037】加熱炉4内の温度が一定になるように誘導加熱コイル5に供給する電力量を制御する。供給する電力量の制御は、制御用熱電対の出力にตอบสนองして行われる。るつぼ9の底に対応させて設けられる熱電対によって検出される温度変化に基づいて、種結晶24以外のポリシリコンが融解したことを確認する。

【0038】ポリシリコンが融解したことが確認されると、加熱炉4内の温度をたとえば1時間に1度(1℃/h)の割合で下げる。また、台座13を、たとえば1時間に10mm(10mm/h)の割合で降下させてるつぼ9の底23側からポリシリコン30を凝固させる。なお、ポリシリコンを凝固させる際には、加熱炉4内の温度分布の影響を低減させるために1rpmのスピードで駆動手段18によって台座13を回転させる。

【0039】多結晶シリコンを製造する際には、るつぼ9内の溶解した状態のポリシリコンがすべて凝固するために必要な時間を予め測定しておく。るつぼ9内のポリシリコンが固化したどうかは、パイロメータ14が受信する信号の変化によって判断することができる。るつぼ9内のポリシリコンが固化するのに要した時間に基づいて、るつぼ9において融解しているポリシリコンが固化する速度、すなわち固化界面が成長する速度を算出することができる。

【0040】固化界面が成長する速度が算出されることによって、固化界面が前記境界部近傍に達するまでの時間が算出される。前記算出される時間に基づいて、台座13の周辺部16に供給する冷却水量を制御して、固化界面が前記境界部近傍に達したときに固化界面を平面状にする。すなわち、周辺部16に供給する冷却水量を凝固開始時に供給する水量から増加させ、固化界面が前記境界部近傍に達したときに、るつぼ9における台座13の中心部15に対応する位置の温度と周辺部16に対応する位置の温度とを同一とする。るつぼ9内のポリシリコンが、多結晶シリコンとして固化した後、るつぼ9から多結晶シリコンを引上げる。

【0041】以上のように本発明の実施のこの形態によれば、るつぼ9において融解された半導体材料は、予め算出される固化界面が成長する速度に基づいて、台座13の中心部15と周辺部16とに供給する冷却水量を制御して凝固される。半導体材料の凝固開始時には、固化界面を上凸として、固化が進むとともに周辺部16に供給する冷却水量を増加させ、固化界面を平面状に近づ

＊け、るつぼ9の筒状部21と錐台状部22との境界部付近で平面状にする。固化界面が平面状になった後は、固化界面が平面状を保つようにして固化を進行させるので、筒状部21において大きな結晶粒を持った多結晶半導体を得ることができる。

【0042】

【実施例】るつぼ9において、筒状部21における幅方向の長さは、それぞれ55cmであり、高さは40cmである。るつぼ9の錐台状部22におけるテーパの角度 $\alpha$ については後述する。

【0043】るつぼ9の底23に配置されるシリコンの種結晶24は、CZ（チョコラルスキー）法によって作成された結晶の（100）面の結晶を用いた。種結晶24の大きさは、縦10cm、横10cmであり、厚みは2cmである。このシリコン種結晶24は、好ましくは化学エッチングにより前処理した結晶を使用する。このエッチングは、結晶表面を結晶成長に適するように円滑にするために行われる。るつぼ9の底23に種結晶24を配置した後、るつぼ9にポリシリコンを約140kg充填した。

【0044】以下に示す表1に、るつぼ9における台座13の中心部15に対応する位置の温度と、周辺部16に対応する位置の温度と、固化界面の成長方向との関係を示す。また、図7に固化界面31の成長方向について示す。成長方向 $\beta$ は、固化界面31の鉛直方向に対する角度である。

【0045】

【表1】

中央部（℃）	周辺部（℃）	成長方向（鉛直方向に対する角度）
1400	1400	0°
1400	1405	10°
1400	1409	22°
1400	1415	34°
1400	1420	45°

【0046】るつぼ9の中央部と周辺部との温度が等しい場合には、成長方向 $\beta$ は0度となり、固化界面31はフラットになる。中心部の温度は、種結晶24を融解させないように1400℃としたまま、周辺部16の温度を上昇させると前記温度の上昇に従って成長方向 $\beta$ が増加した。周辺部16の温度を1420℃とした場合、成長方向 $\beta$ は45度となる。なお、これ以上周辺部16の温度を高くすると、シリコンの融点以上になり固化が進行しなくなる。一方、中央部の温度を1400℃よりも低くすると結晶の品質に悪影響を及ぼすことが実験で確かめられている。

【0047】成長方向の最大値が45度であるので、るつぼ9のテーパ部の角度 $\alpha$ は、45度以上となる。前述のように多結晶シリコン32を製造する際に、るつぼ9

の錐台状部22で形成されたインゴット部分は削除されるので、錐台状部22をなるべく小さくすることが望ましい。したがって、るつぼ9のテーパ部の角度 $\alpha$ は、45度に定められる。種結晶24の大きさからるつぼ9における錐台状部22の高さは22.5cmとなる。

【0048】図8は、本実施例における固化を開始してから時間と、台座13に供給される冷却水の水量との関係を示すタイミングチャートである。時刻t0において、固化を開始した時点では台座13の中心部15に供給する水量を示す直線21と周辺部16供給する水量を示す破線52とは一致している。時刻t0において、供給されるM1はたとえば本実施例では毎分15リットルである。中心部15に供給される水量は、水量M1のまま変化しない。周辺部16に供給される水量は時刻t0

以降単調に増加し、時刻 $t_1$ において水量 $M_2$ となる。時刻 $t_1$ 以降は、周辺部16に水量 $M_2$ で冷却水が供給される。水量 $M_2$ は、たとえば本実施例では毎分25リットルである。

【0049】冷却水の水量 $M_2$ および時刻 $t_1$ は、あらかじめ測定される固化速度に基づいて、固化界面が柱状部と錐台状部との境界部近傍に達する時刻 $t_1$ に、固化界面が平面状となるように設定される。

【0050】るつば9内のポリシリコンが多結晶シリコンとして凝固結晶化した後にるつば9から多結晶シリコンを引上げる。結晶化した多結晶シリコンは、前述のよう

にして加工される。

【0051】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、るつばの錐台状部の底に種結晶を配置して台座からの冷却温度を制御しながら、半導体材料を凝固させ、固化界面が錐台状部と筒状部との境界部に付近に達したときには、固化界面を平面状として、その後は、固化界面が平面状を保つようにして固化を進行させるので、筒状部において大きな結晶粒を持った多結晶半導体を製造することができる。また、用いる種結晶は1つでよいので、種結晶を複数用いる場合に比べて製造コストを削減することができる。種結晶を敷きつめる手間を省くことができる。

【0052】また、多結晶半導体の製造方法において、るつば底面に載置した種結晶を融解させずにるつば内に装填した半導体材料のみを融解させ、るつば底部から冷却、半導体材料を凝固結晶化するので、底部からるつば上部にかけて一方向に結晶が成長した結晶学的に優れた、高品質多結晶半導体を得ることができる。

【0053】また本発明によれば、固化開始時において台座の中心部と周辺部とにおいて冷却温度に差を設けなくてもるつばの底の中心部と周辺部とで温度差が発生し、固化界面の形状を上凸とすることができる。また、熱絶縁体がるつばと台座との間との空間に挿入されるので、るつばを安定して台座に配置することができる。

【0054】さらに本発明によれば、台座において中心部と周辺部とにはそれぞれ独立して冷却水が循環されるので、中心部と比較して多量の冷却水を周辺部に循環させることによって周辺部の冷却温度を中心部より低くすることができ、台座の周辺部と中心部とにおいてそれぞれ

れ別個に冷却温度を設定し、るつばの底から熱を奪うことができる。

【0055】またさらに本発明によれば、前記半導体材料はポリシリコンであり、多結晶半導体は多結晶シリコンであるので、大きな結晶粒をもった多結晶シリコンを製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の一形態である多結晶半導体の製造方法において用いられる装置の概略的な構成を示す縦断面図である。

【図2】るつば9の形状の例を示す図である。

【図3】台座13の構成を示す図である。

【図4】るつば9を使用して多結晶半導体を製造する際の温度分布と固化界面とを示す図である。

【図5】るつば9において半導体材料が凝固する際の固化界面の形状を示す図である。

【図6】固化後、るつば9から引き上げられた多結晶半導体32が、加工される工程を示す図である。

【図7】固化界面31の成長方向について示す図である。

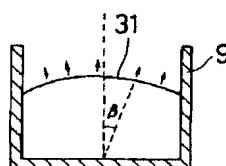
【図8】固化を開始してから時間と台座13に供給される冷却水の水量との関係を示すタイミングチャートである。

【図9】多結晶シリコンを製造する方法について説明するための図である。

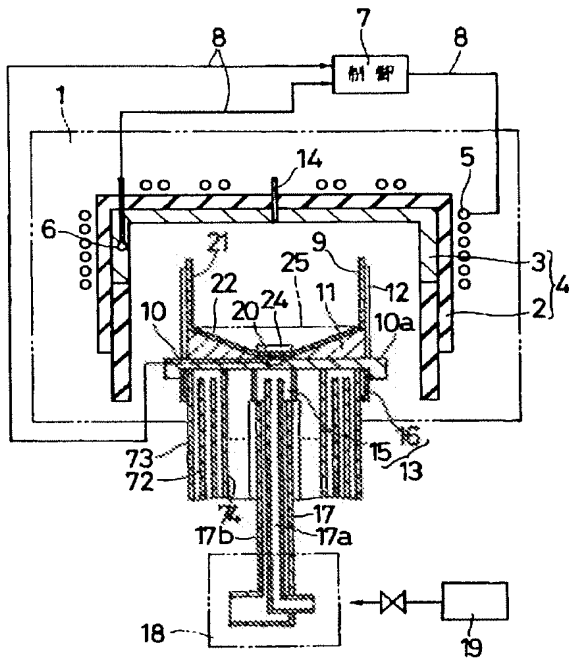
【符号の説明】

- 1 密閉容器
- 2 熱絶縁体
- 3 加熱体
- 4 加熱炉
- 5 誘導加熱コイル
- 6 熱電対
- 7 制御装置
- 8 リード線
- 9 るつば
- 10 支持台
- 11 熱絶縁体
- 12 側壁
- 13 台座
- 14 パイロメータ

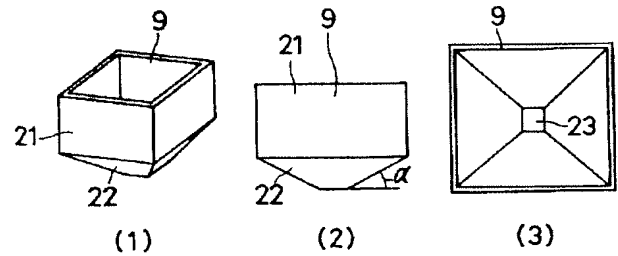
【図7】



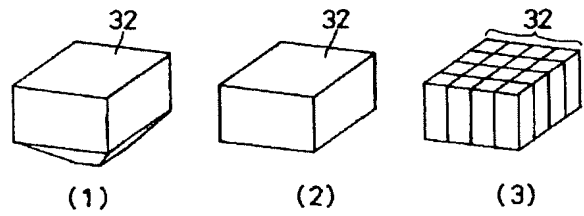
【図1】



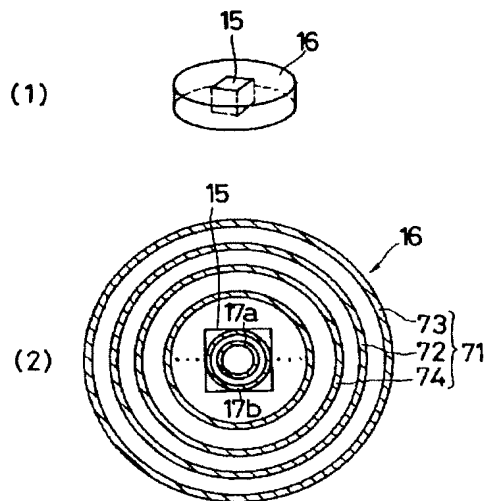
【図2】



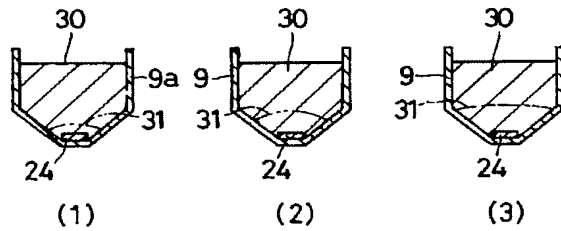
【図6】



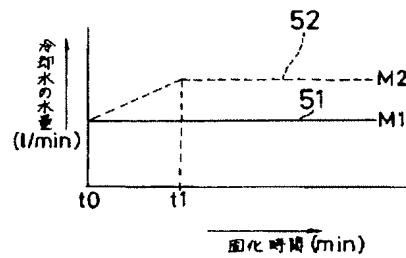
【図3】



【図5】

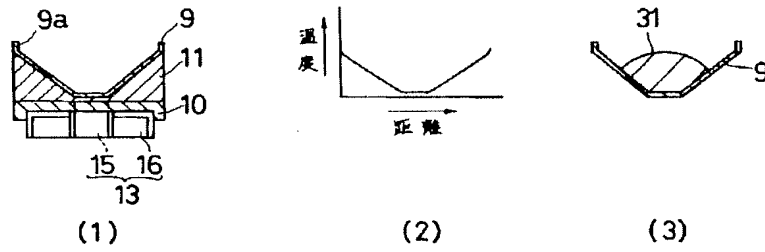


【図8】





【図4】



【図9】

